

公開特許公報



特許出願
の登録/消
2000円
2,000円
特許庁長官 三宅幸夫 殿
1. 発明の名称 ベンイザイリヨウ ベンショクホウ
2. 原特許出願の表示 昭和47年特許出願 89571号
(昭和47年9月8日)
3. 発明者 住 所 埼玉県日野市上野台1059番地
氏 名 小坂洋一 (ほか2名)
4. 特許出願人 住 所 東京都千代田区丸の内一丁目2番1号
氏 名 (408) 日本化粧株式会社
代表者取締役社長 原安三郎
5. 代理人 住 所 東京都千代田区丸の内一丁目2番1号
氏 名 日本化粧株式会社内 TEL (216) 0461
(6126) 弁理士 竹田和彦
6. 添付書類の目録
(1) 明細書 通
(2) 請書副本 通
(3) 委任状 通
照合済 (1) (2) (3)

⑪特開昭 49-92382

⑬公開日 昭49.(1974)9.3

⑭特願昭 48-20233

⑮出願日 昭47.(1972)9.8

審査請求 有 (全6頁)

府内整理番号 ⑯日本分類

6540 47 48 B0
7142 47 23 D3

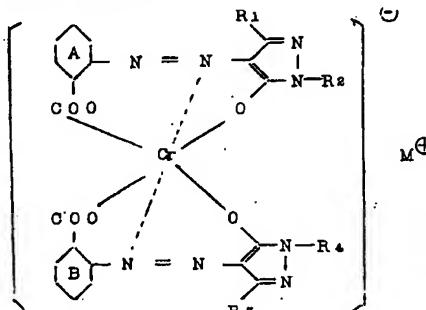
明細書

1. 発明の名称

繊維材料の染色法

2. 特許請求の範囲

下記一般式(1)

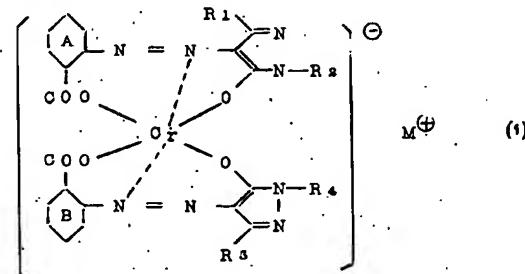


(式中 R₁, R₃は共にフェニル基か又は何れか一方がフェニル基で他はメチル基とし R₂, R₄は R₁, R₃が共にフェニル基の場合はフェニル基又はナフチル基で、 R₁, R₃の何れか一方がフェニル基で他はメチル基の時は共にナフチル基か又は一方がナフチル基で他はフェニル基とする。 A, B 及び R₁,

R₂, R₃, R₄がフェニル基の場合は夫々低級アルキル基、低級アルコキシ基、ハロゲン、ニトロ基を有していてもよく、 A又は R₂の何れかひとつはスルホン酸基を有するものとする。 Mはアルカリ又はアルカリ土類金属を表わす。)にて示される新規染料を使用することを特徴とする繊維材料の染色法。

3. 発明の詳細な説明

本発明は一般式(1)



(式中 R₁, R₃は共にフェニル基か、又は何れか一方がフェニル基で他はメチル基とし、 R₂, R₄は R₁, R₃が共にフェニル基の場合はフェニル基又はナフチル基で、 R₁, R₃の何れか一方がフェニル基で他はメチル基の時は共にナフチル基か又は一方がナフチル基で他はフェニル基とする。 A, B 及び R₁,

はメチル基の時は共にナフタリン基か又は一方がナフチル基で他はフェニル基とする。A, B及びR₁, R₂, R₃, R₄がフェニル基の場合は夫々低級アルキル基、低級アルコオキシ基、ハロゲン、ニトロ基を有していてよくA又はR₂の何れかひとつはスルホン酸基を有するものとする。Mはアルカリ又はアルカリ土類金属を表わす。)

にて示される新規染料を使用することを特徴とする繊維材料の染色法に関するものである。

カツプリング成分として一般的のピラゾロン誘導体を有する染料が合金酸性染料として繊維材料の染色及び捺染に適用されること自身は公知である。

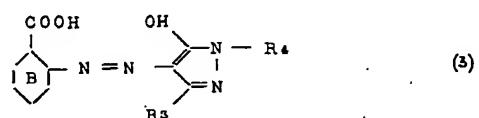
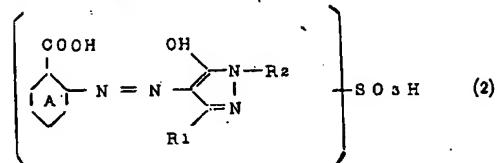
本発明者等はこの種の染料の構造と性質との関係を検討するうちに前記一般式(1)で表わされる染料が優れた堅牢度を有する上に独特の鮮明な黄色の染色物を与えることを見出した。

本発明の方法に用いられる繊維材料としては羊毛、ポリアミド、綿等の含窒素系繊維、ポリビニルアルコール系繊維、ポリウレタン系繊維を挙げることができる。

することによつて行われる。

本発明に用いられる前記一般式(1)で表わされる染料はそれ自身新規染料であり、種々の方法で合成される。

例えば後記一般式(2)及び(3)のモノアゾ染料



(式中の各記号は一般式(1)に於いて与えた意味を持つ)は弱酸性ないしアルカリ性媒質中でカツプリングさせることによつて公知の方法で作ることができ。この工程で使用されるジアゾ化合物は例えば2-アミノ-安息香酸、2-アミノ-4-スルホ安息香酸、2-アミノ-4-クロロ-安息香酸、2-アミノ-4-ブロム安息香酸、2-ア

本発明方法による染色は繊維材料に対し常法の浸染、捺染、バッティング染色法等広範囲に適用しうる。

含窒素系繊維の浸染は芒硝、食塩、酢酸アンモニウム、硫酸アンモニウム等のアンモニウム塩、酢酸、磷酸等の無機或は有機酸を含む染浴で一般には90~100℃の温度で行われる。

バッティング染色は染料、尿素、アルギン酸ナトリウムの如きマイクレーション防止剤、染料溶解剤、浸透剤等で成るバッティング液を調整し、繊維をバットした後比較的高い温度、例えば100~120℃位で乾熱又は蒸熱する。場合によつては磷酸又は磷酸等の無機、有機酸を含むアシッドショック浴に70~100℃、10秒~5分間処理することによつて行われる。この場合バッティング後、蒸熱或は乾熱の代りに若干の酸性物質を含有する水浴で煮沸してもよい。

捺染は染料と糊材とを混合し、更に硫酸アンモニウム、酒石酸アンモニウム、酢酸等の酸発生剤或は有機酸を添加した色糊を印捺し蒸熱又は乾熱

ミノ-5-スルホ安息香酸、2-アミノ-5-ニトロ安息香酸、2-アミノ-3又は-5-ニトロ-4-スルホ安息香酸、2-アミノ-3-メトキシ安息香酸、2-アミノ-3又はスルホ-5-クロロ安息香酸、2-アミノ-3又は4-メチル安息香酸、2-アミノ-4-メトキシ-5-ブロム安息香酸の様なアミンから誘導される。

又カツプリング成分としては

- 1-(2'-エチルフェニル)-3-メチル-5-ピラゾロン
- 1-(4'-ブロムフェニル)-3-メチル-5-ピラゾロン
- 1-(2'-クロロ-6'-メチルフェニル)-3-メチル-5-ピラゾロン
- 1-(3'-ニトロフェニル)-3-メチル-5-ピラゾロン
- 1-フェニル-3-メチル-5-ピラゾロン
- 1-(2',3',又は4'-クロロフェニル)-3-メチル-5-ピラゾロン
- 1-(2',5'-又は3',4'-ジクロロフェニル)-3-メチル-5-ピラゾロン
- 1-(2',5'-ジブロムフェニル)-3-メチル-5-ピラゾロン
- 1-(2',4',6'-トリクロロフェニル)-3-メチル-5-ピラゾロン
- 1-(4'-ニトロフェニル)-3-メチル-5-ピラゾロン
- 1-(2'-ニトロ-5'-ブロムフェニル)-3-メチル-5-ピラゾロン
- 1-(2'-メトキシ-5'-メチルフェニル)-3-メチル-5-ピラゾロン

1-(2', 5'-ジメトキシフェニル)-3-メチル-5-ピラゾロン

1-(1'-ナフチル)-3-メチル-5-ピラゾロン

1, 3-ジフェニル-5-ピラゾロン

1-(2', 3', 又は4'-ニトロフェニル)-3-フェニル-5-ピラゾロン

1-(2', 3', 又は4'-クロロフェニル)-3-フェニル-5-ピラゾロン

1-(2', 3', 又は4'-ブロムフェニル)-3-フェニル-5-ピラゾロン

1-フェニル-3-(2', 3', 又は4'-クロロフェニル)-5-ピラゾロン

1-フェニル-3-(2', 3', 又は4'-ニトロフェニル)-5-ピラゾロン

1-(2', 3', 又は4'-クロロフェニル)-3-(2', 3', 又は4'-エチルフェニル)-5-ピラゾロン

1-(2', 3', 又は4'-メトキシフェニル)-3-(2', 3', 又は4'-クロロフェニル)-5-ピラゾロン

1-(2', 3', 又は4'-ニトロフェニル)-3-(2', 3', 又は4'-クロロフェニル)-5-ピラゾロン

1-(2', 5'-ジメトキシフェニル)-3-(2', 3', 又は4'-ニトロフェニル)-5-ピラゾロン

1-(2'-クロロ-4'-ニトロフェニル)-3-(2', 3', 又は4'-クロロフェニル)-5-ピラゾロン

1-(4'-メチルフェニル)-3-フェニル-5-ピラゾロン

1-(2'-メチル-6'-クロロフェニル)-3-フェニル-5-ピラゾロン

1-(4'-メトキシフェニル)-3-(2', 4'-ジクロロフェニル)-5-ピラゾロン

1-フェニル-3-(2', 4'-ジクロロ-5'-メチルフェニル)-5-ピラゾロン

1-フェニル-3-(2'-ニトロ-3'-メトキシフェニル)-5-ピラゾロン

1-フェニル-3-(3'-メチルフェニル)-5-ピラゾロン

1-(1'-ナフチル)-3-フェニル-5-ピラゾロン

などがあげられ式(2)の場合は更に

1-(4'-スルホフェニル)-3-メチル-5-ピラゾロン

1-(2'-クロロ-4'-スルホフェニル)-3-メチル-5-ピラゾロン

1-(2'-スルホ-4'-メチル-5'-クロロフェニル)-3-メチル-5-ピラゾロン

1-(2'-スルホ-4'-ニトロフェニル)-3-メチル-5-ピラゾロン

1-(2', 5'-ジクロロ-4'-スルホフェニル)-3-メチル-5-ピラゾロン

1-(4'-スルホナフチル-1')-3-メチル-5-ピラゾロン

1-(5'-スルホナフチル-1')-3-メチル-5-ピラゾロン

1-(2', 5'-ジメトキシ-4'-スルホフェニル)-3-メチル-5-ピラゾロン

1-(2', 3'-又は4'-スルホフェニル)-3-フェニル-5-ピラゾロン

1-(2'-クロロ-4'-メチル-5'-クロロ)-3-(2', 3'-又は4'-メトキシフェニル)-5-ピラゾロン

1-(2'-クロロ-4'-スルホフェニル)-3-フェニル-5-ピラゾロン

1-(4'-スルホフェニル)-3-(3'-メトキシフェニル)-5-ピラゾロン

1-(5'-スルホナフチル-1')-3-フェニル-5-ピラゾロン

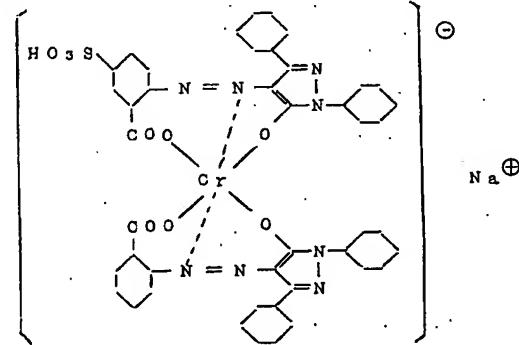
などがあげられる。

次に前記一般式(2)又は(3)の染料を1:1クロム

錯塩に転化させることは普通よく知られた方法でクロム錯塩化剤を反応させることによつてできる。この1:1クロム錯塩染料と金属を含まない染料との反応は弱酸性又は弱アルカリ性の水溶性溶媒又は有機浴媒^中で50~120℃で行うのが都合がよい。

一般に使用する1:1クロム錯塩と金属を含まない染料との割合はできるだけ当量比に近いのが有利である。次に本発明方法を実施例によつて説明する。実施例中部とあるのは重量部である。

実施例1



前記構造式で表わされる染料0.03部を150部の水に溶解し無水芒硝0.15部、酢酸アンモニウム等のアンモニウム塩を0.15部加え、羊毛3部を加えて20~60分で常温から100℃に昇温、その温度で30~60分染色する。所望により更に酢酸を添加し染料の吸尽を促進させてもよい。日光及び洗濯に堅牢で鮮明な黄色の染色物が得られた。

実施例2

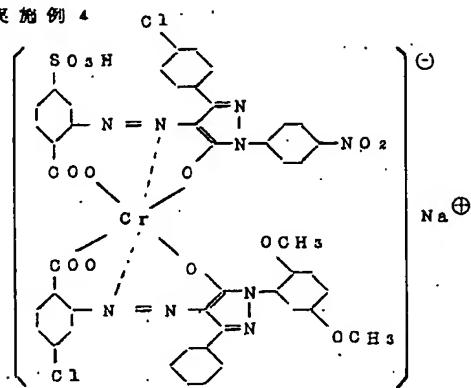
実施例1で使用した染料2部、尿素5部を100部の水に溶解しこの溶液にナイロンタフタをバッティングし予備乾燥した後180℃で3秒間乾熱する。次いで硫酸0.6部を含む100部の硫酸水溶液で100℃、20秒間処理し水洗乾燥すると日光及び洗濯に堅牢な鮮明な黄色の染色物が得られた。

実施例3

同じく実施例1で使用した染料2部、尿素5部を100部の水に溶解しこの液にナイロンタフタをバッティングし予備乾燥した後120℃で2分

間蒸熟し水洗する。次いで銀塩 0.6 部を含む 100 部の水溶液で 100 ℃、20 秒間処理し水洗乾燥すると日光及び洗濯に堅牢な黄色染色物が得られた。

实施例 4



前記構造式で表わされる染料 0.06 部を 1.50 部の水に溶解し無水芒硝 0.15 部、酢酸アンモニウム等のアンモニウム塩 0.15 部を加え、網 3 部を加えて 20 ~ 60 分で常温から 100 ℃に昇温その温度で 40 ~ 60 分間染色すると日光及び洗濯に堅牢な鮮明な黄色の染色物が得られた。

实施例 5

実施例4で使用した染料0.06部を150部の水に溶解し無水芒硝又は食塩0.6部を加えてビニロン3部を加え30~60分で常温から90°Cに昇温その温度で40~60分間染色すると日光及び洗濯に堅牢で鮮明な黄色の染色物が得られた。

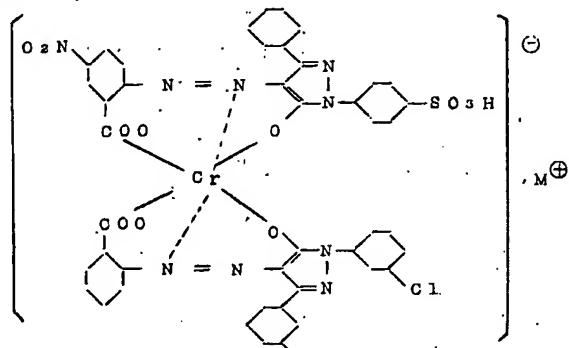
实施·例 6

同じく実施例4で使用した染料3部、染料溶解剤5部を水3部で溶解した後、樹剤(10%ペースト)60部を加えて混合し更に硫酸アンモニウム1部を添加した色糊を羊毛に印捺し常圧100~105℃で20~40分間蒸熱固着した後、水洗すると日光及び洗濯に堅牢で鮮明な捺染物が得られた。

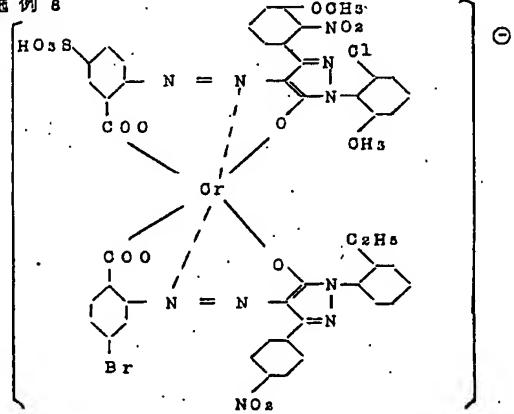
上記2種類の染料と同様に実施例1～実施例6に示したような操作を下記構造で示される染料について実施すると日光及び洗濯に堅牢な黄色の染色物及び捺染物が得られた。以下染料の構造式のみ示し実施例7～13とする。式中Mはアルカリ

又はアルカリ土類金属を示す。

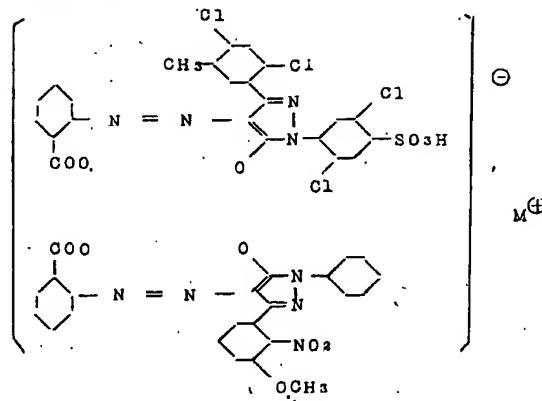
实施例 7



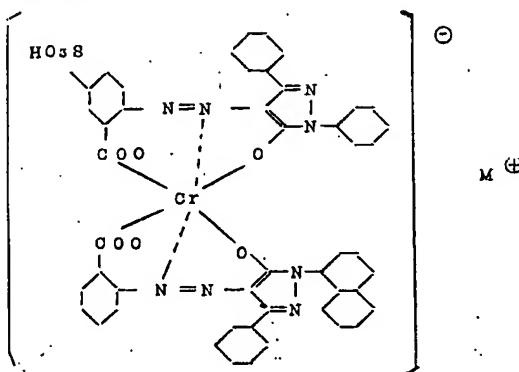
实施例 8



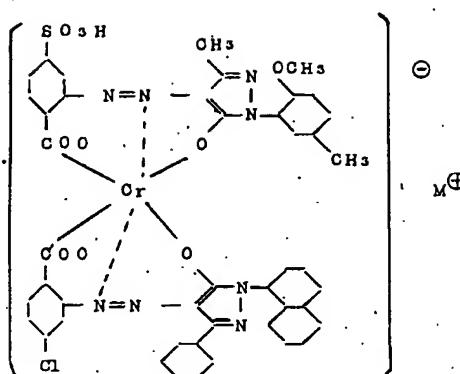
· 実施例 9



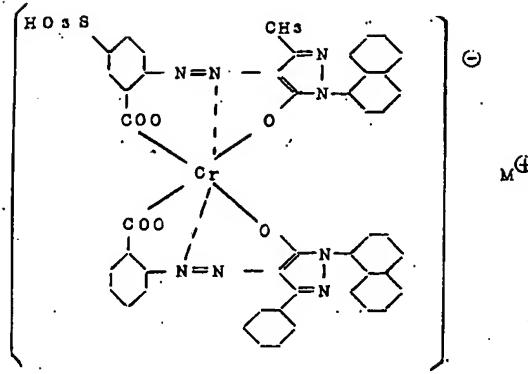
实施例 10



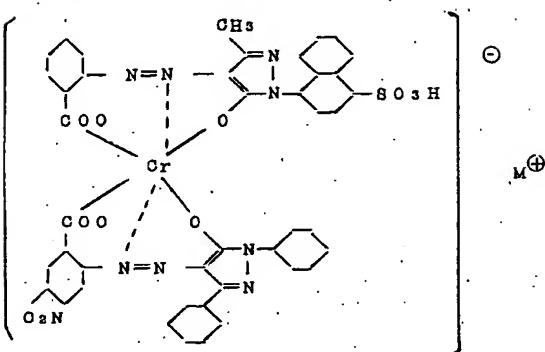
実施例 1-1



実施例 1-3



実施例 1-2



7. 前記以外の発明者

住所 埼玉県大宮市北郷2の336
オオミヤ キタグロ

氏名 セノウ ヒロシ
株尾 洋

住所 東京都文京区小石川4の12-8
フキウ コイシカワ

氏名 イトウ・コウジ
伊藤孝滋

手 続 補 正 書

昭和 48年 7月10日

特許出願官 三宅 幸夫 様

1. 対象の表示

昭和 48年特許願第20233号

2. 発明の名称

繊維材料の染色法

3. 補正をする者

事件との関係 特許出願人

東京都千代田区丸の内一丁目2番1号

(408) 日本化薬株式会社

代表者 取締役社長 原 安三郎

4. 代理人

東京都千代田区丸の内一丁目2番1号

日本化薬株式会社内

(6126)弁理士 竹田和彦

5. 補正命令の日付

(自発)

6. 補正により増加する発明の数

なし

7. 補正の対象 明細書の特許請求の範囲及び発明の詳細

8. 補正の内容 な説明の欄

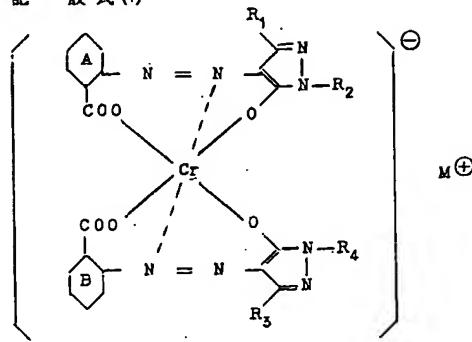
別紙の通り

補 正 の 内 容

(1) 明細書第1頁の特許請求の範囲を次のとおりに
訂正する。

2 特許請求の範囲

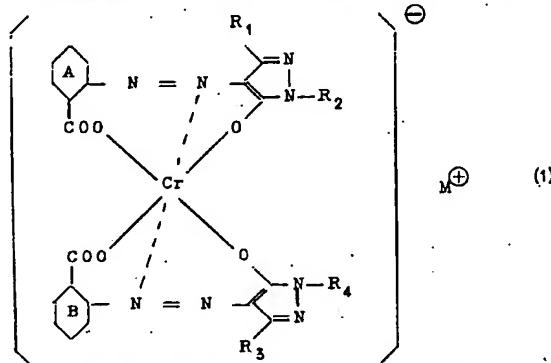
下記一般式(1)



(式中 R_1 , R_3 は共にフェニル基か又は何れか一方がフェニル基で他はメチル基とし R_2 , R_4 は R_1 , R_3 が共にフェニル基の場合ばフェニル基又はナフチル基で、 R_1 , R_3 の何れか一方がフェニル基で他はメチル基の時は共にナフチル基か又は一方がナフチル基で他はフェニル基とする。A, B 及び R_1 , R_2 , R_3 ,

R_4 がフェニル基の場合は夫々低級アルキル基、低級アルコキシ基、ハログン、ニトロ基を有していてもよく、A 又は R_2 の何れか一方に 1 個のスルホン酸基を有するものとする。M はアルカリ又はアルカリ土類金属を表わす。)にて示される新規染料を使用することを特徴とする繊維材料の染色法。

(2) 明細書第2頁一般式(1)を次のとおりに訂正する。



(5) 明細書第3頁第5行目にて「A又はR₂の何れかひとつは」とある部分を「A又はR₂の何れか一方に1個の1と訂正する。

(4) 明細書第14頁の実施例9の構造式を次のとおりに訂正する。

